

**Sintesis Komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dari Arang Kayu Hasil Aminasi
dengan NH_3 untuk Adsorpsi Limbah Parasetamol**

SKRIPSI

Oleh :

INDRIANI DWI RAHAYU
145090207111008



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN
ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2018



**Sintesis Komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dari Arang Kayu Hasil Aminasi
dengan NH_3 untuk Adsorpsi Limbah Parasetamol**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana sains dalam bidang Kimia

Oleh :

INDRIANI DWI RAHAYU

145090207111008



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN
ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2018**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**Sintesis Komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dari Arang Kayu Hasil
Aminasi dengan NH_3 untuk Adsorpsi Limbah Parasetamol**

Oleh :

INDRIANI DWI RAHAYU**145090207111008**

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji pada
tanggal.....
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh
gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia

Pembimbing 1

Pembimbing 2

Dr. Tutik Setianingsih, M.Si
NIP. 196912221994022001

Siti Mutrofin, S.Si., M.Sc
NIP 197009171994032002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D

NIP. 197310202002121001
LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Indriani Dwi Rahayu
NIM : 145090207111008
Jurusan : Kimia
Penulis Skripsi Berjudul :

**Sintesis Komposit ZnFe_2O_4 / AC dari Arang Kayu Hasil
Aminasi dengan NH_3 untuk Adsorpsi Parasetamol**

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang tercantum di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Juli 2018
Yang menyatakan

Indriani Dwi Rahayu
145090207111008

Sintesis Komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dari Arang Kayu Hasil Aminasi dengan NH_3 untuk Adsorpsi Limbah Parasetamol

ABSTRAK

Arang dapat diproduksi dari pirolisis biomassa, diantaranya dari kayu. Arang dapat digunakan sebagai adsorben yang dapat ditingkatkan melalui fungsionalisasi (aktivasi, aminasi dan modifikasi). Pada penelitian ini, telah dilakukan sintesis komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dari arang kayu untuk aplikasi pengolahan limbah parasetamol. Parasetamol merupakan salah satu contoh jenis limbah organik perairan, terutama terkait dengan industri farmasi yang dapat menimbulkan kerusakan hati. Tujuan penelitian ini adalah mengkaji pengaruh perbandingan mol $\text{Fe(III)}/\text{Zn(II)}$ terhadap sifat kimia komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dan adsorpsi parasetamol oleh komposit. Pada prosesnya, arang kayu dari pasaran (30 – 60 mesh) diaktivasi dengan larutan KOH 4M pada temperatur 500°C , diaminasi dengan larutan NH_3 20% pada temperature 80°C , dan dimodifikasi dengan Zn-Fe-LDH pada perbandingan mol $\text{Fe(III)}/\text{Zn(II)}$ 1:2, 1:3, 1:4, dan 1:5 dengan metode kopresipitasi dan dikalsinasi pada temperature 950°C sehingga terbentuk komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$. Karakterisasi produk dilakukan secara spektrofotometri FTIR. Uji adsorpsi parasetamol dilakukan dengan menggunakan larutan parasetamol 50 ppm, komposit 0.1 g, dengan pengadukan 200 rpm selama 24 jam. Analisis konsentrasi parasetamol dilakukan secara spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 243 nm. Hasil karakterisasi dengan spektrofotometri FTIR mengindikasikan peningkatan jumlah gugus fungsi M-O (M= logam) pada komposit sejalan dengan peningkatan perbandingan mol $\text{Fe(III)}/\text{Zn(II)}$. Hasil uji adsorpsi menunjukkan bahwa adsorpsi tertinggi terjadi pada perbandingan mol $\text{Fe(III)}/\text{Zn(II)}$ 1:4 dengan nilai adsorpsi sebesar $46.58 \pm 1.31 \%$ ($5.72 \pm 0.16 \text{ mg/g}$).

Kata kunci: arang kayu, komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$, parasetamol, fungsionalisasi, adsorpsi

Synthesis of $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ Composites from Charcoal of Amination with NH_3 for Paracetamol Waste Adsorption

ABSTRACT

Wood charcoal can be produced from biomass pyrolysis, one of from wood. Wood charcoal can be used as an adsorbent that can be improved through functionalization (activation, amination and modification). In this research, $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ composite was synthesized from wood charcoal for paracetamol waste treatment application. Paracetamol is one example of the type of organic waste in the water, especially related to the pharmaceutical industry that can cause liver damage. This research is to study the effect of mole ratio of $\text{Fe(III)}/\text{Zn(II)}$ on chemical composition of $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ composite and paracetamol adsorption by composite. In this process, the wood charcoal from the market (30-60 mesh) was activated with 4M KOH solution at 500 °C, aminated with 20% NH_3 solution at 80 °C, and modified with Zn-Fe-LDH at the Fe mole ratio(III)/Zn(II) 1: 2, 1: 3, 1: 4, and 1: 5 with coprecipitation method and calcined at 950 °C to form $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ composite. The products was characterized by FTIR spectrophotometry. Paracetamol adsorption was examined using 50 ppm paracetamol solution, 0.1 g composite, and stirring 200 rpm for 24 hours. Analysis of paracetamol concentrations was performed by UV-Vis spectrophotometry at 243 nm wavelength. The results of characterization by FTIR spectrophotometry indicate an increase in the number M-O (M = metal) functional groups in the composites in line with an increase in $\text{Fe(III)}/\text{Zn(II)}$ mole ratio. The results of adsorption test showed that the highest adsorption occurred in the mole ratio of $\text{Fe(III)}/\text{Zn(II)}$ 1: 4 with the adsorption value of $46.58 \pm 1.31\%$ ($5.72 \pm 0.16 \text{ mg / g}$).

Key words: wood charcoal, $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ composite, paracetamol, functionalization, adsorption



KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas limpahan rahmat, taufiq, serta hidayah-Nya sehingga skripsi yang berjudul **Sintesis Komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dari Arang Kayu Hasil Aminasi dengan NH_3 untuk Adsorpsi Limbah Parasetamol** dapat tersusun dan terselesaikan dengan baik. Penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah membantu penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Ucapan terimakasih ditujukan kepada:

1. Dr. Tutik Setianingsih, M.Si selaku Pembimbing I dan Siti Mutrofin, S.Si., M.Sc selaku Pembimbing II yang telah membimbing, memberikan pengetahuan, dukungan dan masukan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
2. Darjito, S.Si., M.Si selaku penasehat akademik yang telah memberikan semangat, dukungan dan masukan.
3. Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia beserta segenap Staf Pengajar dan Karyawan Jurusan Kimia.
4. Kedua orang tua penulis serta segenap keluarga besar atas segala dukungan dan do'a yang diberikan dalam menyelesaikan skripsi ini.
5. Teman satu Laboratorium Anorganik, teman – teman Kimia 2014 dan Husnut Thoriq Alfath atas semua bantuan, dukungan dan motivasi sehingga skripsi ini dapat diselesaikan.
6. Sahabat – sahabat terdekat Nadia Irma F, Tri Vany Lestary D, Domas Indri L, Nadiyah Zuhroh, Tomi Setiawan, Teguh Andi dan Rizky Widdie yang selalu mendukung, membantu, memberikan semangat dan kekeluargaan baik sebelum, selama dan setelah penelitian.
7. Dianisari Sofia R dan Safira Dwi P sebagai tim arang aktif yang telah banyak membantu penulis dalam menyelesaikan penelitian dan penyusunan skripsi.

8. Ikatan Mahasiswa Keluarga Cirebon yang telah mengenalkan keluarga baru di Malang dan memberikan semangat serta motivasi selama masa studi penulis hingga saat ini.
9. Seluruh pihak dan instansi yang membantu terselesaikannya penelitian dan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penulisan, mohon maaf apabila terdapat kesalahan, semoga skripsi ini dapat memberi manfaat dan pengetahuan yang dibutuhkan oleh pembaca

.Malang, Juli 2018

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
DAFTAR ISTILAH DAN LAMBANG	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Biochar	5
2.2 Karbon Aktif	6
2.3 Aktivasi Karbon Aktif	7
2.4 Fungsionalisasi Karbon Aktif	8
2.5 Modifikasi Karbon Aktif dengan LDH dan LDO	9
2.5.1 LDH (Layered Double Hydroxides) dan LDO (Layered Double Oxides)	9
2.5.2 Zn-Fe-LDH dan ZnFe_2O_4	10
2.6 Adsorpsi	11
2.6.1 Pengertian Adsorpsi	12
2.6.2 Adsorpsi Parasetamol	13
2.7 Karakterisasi Produk	13
2.7.1 X-Ray Diffraction (XRD)	13
2.7.2 Spektrofotometer Fourier Transform-Infrared (FTIR)	14
BAB III METODE PENELITIAN	17
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	17

3.2	Alat dan Bahan Penelitian	17
3.3	Tahapan Penelitian	17
3.4	Prosedur Kerja	18
3.4.1	Preparasi Prekursor (Arang Kayu)	18
3.4.2	Aktivasi Arang Kayu dengan KOH	18
3.4.3	Fungsionalisasi Karbon Aktif dengan Aminasi	18
3.4.4	Pembuatan Komposit Zn-Fe-LDH/AC	18
3.4.5	Pembuatan Komposit ZnFe ₂ O ₄ /AC	19
3.4.6	Karakterisasi Produk	19
3.4.7	Uji Adsorpsi Parasetamol dengan Komposit ZnFe ₂ O ₄ /AC	19
3.4.8	Analisis Konsentrasi Parasetamol menggunakan Spektrofotometri UV-Vis	20
3.4.9	Analisa Data	20
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1	Pengaruh perbandingan Mol Fe(III):Zn(II) terhadap Gugus Fungsi dan Nilai Adsorpsi Parasetamol	23
4.1.1	Pengaruh perbandingan Mol Fe(III):Zn(II) terhadap Gugus Fungsi	23
4.1.2	Pengaruh perbandingan Mol Fe(III):Zn(II) terhadap Adsorpsi Parasetamol	24
4.2	Pengaruh Berbagai Perlakuan Arang Kayu terhadap Gugus Fungsi dan Nilai Adsorpsi Parasetamol	26
4.2.1	Pengaruh Berbagai Perlakuan Arang Kayu terhadap Gugus Fungsi	26
4.2.2	Pengaruh Berbagai Perlakuan Arang Kayu terhadap Nilai Adsorpsi Parasetamol	28
4.3	Karakterisasi menggunakan XRD	
BAB V	PENUTUP	31
5.1	Kesimpulan	31
5.2	Saran	31
DAFTAR PUSTAKA		32
LAMPIRAN		37

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Biochar	5
Gambar 2.2 Struktur Karbon Aktif.....	6
Gambar 2.3 Gugus Fungsi Pada Permukaan Karbon	8
Gambar 2.4 Reaksi Fungsionalisasi Karbon dengan Amonia	9
Gambar 2.5 Struktur <i>Layered Double Hydroxides</i> (LDH)	10
Gambar 2.6 Transisi Elektronik.	13
Gambar 2.7 Hasil Analisis XRD ZnFe_2O_4 (ZFO), komposit 5% CDs/ ZnFe_2O_4 (CDs/ZFO), dan JPCDS 1-1109	14
Gambar 2.8 Hasil Analisis FTIR ZnFe_2O_4 (ZFO) dan komposit 5% CDs/ ZnFe_2O_4 (CDs/ZFO)	15
Gambar 4.1 Spektra Inframerah $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dengan berbagai perbandingan mol.	23
Gambar 4.2 Grafik nilai q_e dan % adsorpsi pada variasi perbandingan mol Fe(III):Zn(II).....	25
Gambar 4.3 Spektra Inframerah Adsorben pada Berbagai Perlakuan	26
Gambar 4.4 Grafik nilai q_e dan % adsorpsi karbon pada berbagai perlakuan.....	28
Gambar 4.5 Spektra XRD komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$	29
Gambar E.1 Kurva baku parasetamol (berbagai adsorben).....	54
Gambar E.2 Kurva baku parasetamol (pada pengukuran $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$).....	55

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Pola analisis uji F	21
Tabel 4.1 Interpretasi spektra inframerah adsorben pada berbagai perbandingan mol $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$	24
Tabel 4.2 Interpretasi spektra inframerah adsorben pada berbagai perlakuan.....	27
Tabel 4.3 Interpretasi spektra XRD komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}30$	
Tabel D.1 Data perhitungan parasetamol yang teradsorpsi pada berbagai adsorben	46
Tabel D.2 Data perhitungan parasetamol yang teradsorpsi pada $\text{Zn-Fe-LDO/Karbon Aktif}$	48
Tabel D.3 Uji statistik pengaruh perbandingan mol Fe(III):Zn(II) terhadap adsorpsi parasetamol	49
Tabel D.4 Tabel analisis sidik ragam satu arah.....	50
Tabel D.5 Uji Statistik adsorpsi parasetamol pada berbagai adsorben.....	51
Tabel D. 6 Tabel analisis sidik ragam satu arah.....	53
Tabel E.1 Data konsentrasi dan absorbansi larutan baku parasetamol (berbagai adsorben)	54
Tabel E.2 Data konsentrasi dan absorbansi larutan parasetamol (pada pengukuran Zn-Fe-LDH dan $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$)55	

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A. Preparasi Larutan	37
Lampiran B. Diagram Alur Penelitian	40
Lampiran C. Diagram Alir	41
Lampiran D. Perhitungan Data Hasil Penelitian	46
Lampiran E. Kurva Baku Parasetamol	54
Lampiran F. Data Karakterisasi	56



DAFTAR ISTILAH DAN LAMBANG

Simbol/singkatan	Keterangan
%	Persentase
FTIR	<i>Fourier Transform Infrared</i>
g	Gram
g/mol	Gram per mol
mg/L	Miligram per liter
rpm	<i>Revolution per minute</i>
SAA	<i>Surface Area Analyzer</i>



BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Limbah merupakan suatu bahan yang tidak diinginkan atau tidak dapat digunakan. Limbah adalah zat yang dibuang setelah penggunaan primer atau cacat dan tidak berguna. Menurut Konvensi Basel tentang Pengawasan Perpindahan Lintas Batas Limbah Berbahaya dan Pembuangannya tahun 1989, Pasal. 2 (1), limbah adalah bahan atau benda yang dibuang atau dimaksudkan untuk dibuang atau harus dibuang oleh ketentuan hukum nasional. Bentuk limbah tersebut dapat berupa gas dan debu, cair atau padat. Diantara beberapa jenis limbah, ada yang bersifat beracun dan berbahaya seperti contohnya limbah farmasi yang dihasilkan dari industri farmasi [1].

Industri farmasi pada umumnya terbagi menjadi dua kategori: (1) proses produksi bahan formula meliputi proses fermentasi, ekstraksi atau sintesis kimia, dan (2) proses formulasi produk farmasi akhir. Industri farmasi dapat menghasilkan limbah cair yang bersumber dari proses-proses produksi, proses pencucian alat produksi, kegiatan laboratorium dan sisa produk yang tidak memenuhi spesifikasi atau dari kegagalan proses. Limbah cair yang dihasilkan bersifat beracun, rekalsitran serta mengandung senyawa organik dan anorganik terlarut [2]. Lingkungan perairan yang terkena limbah akan mengalami penurunan kualitas air dan terganggunya kehidupan biotik. Salah satu contoh kontaminan limbah farmasi yang ada di perairan yaitu parasetamol.

Parasetamol adalah turunan para-aminofenol atau p-aminofenol yang disintesis dari asetilasi p-aminofenol dan anhidrida asetat. Turunan p-aminofenol dihidrolisis dalam beberapa kondisi seperti suhu tinggi, suasana asam atau basa. Parasetamol merupakan salah satu obat analgesik paling populer dan dijual dalam jumlah besar. Produksi dunia tahunan parasetamol diperkirakan sekitar 145.000 ton. Konsentrasi parasetamol dalam air limbah akan naik dengan meningkatnya produksi parasetamol. Konsentrasi obat-obatan yang dideteksi pada lingkungan perairan telah dilaporkan berkisar antara mg/L hingga $\mu\text{g/L}$ [3].

Selama beberapa dekade terakhir, beberapa metode fisika dan kimia termasuk adsorpsi, ekstraksi titik awan, proses oksidasi, nanofiltrasi, ozonasi, dan koagulasi telah dikembangkan untuk menghilangkan polutan. Di antara banyak teknik, adsorpsi merupakan prosedur yang efisien karena dapat digunakan untuk menghilangkan berbagai jenis polutan [4]. Oleh karena itu penelitian ini di tujukan untuk menghilangkan polutan parasetamol pada ekosistem perairan dengan menggunakan teknik adsorpsi.

Adsorpsi menggunakan adsorben adalah teknik yang berguna untuk menghilangkan kontaminan organik dari air limbah. Pada penelitian Pandey dan Vipin (2015), proses adsorpsi dengan adsorben padat menunjukkan potensi sebagai salah satu metode perawatan yang paling efisien karena desainnya sederhana dan segi biaya awal yang rendah. Efektivitas karbon aktif dalam pembersihan air tercemar disebabkan oleh struktur porositas yang berkembang dengan baik serta adanya permukaan karbon yang luas yang disebabkan adanya gugus fungsional. Hal ini membuatnya mampu mendistribusikan polutan pada permukaan dalamnya dengan kapasitas yang besar, sehingga reaktan dapat masuk [5].

Karbon aktif (AC), salah satu bahan karbon yang paling menakjubkan dengan sejarah panjang, telah banyak digunakan sebagai penyerap untuk menghilangkan kontaminan organik dalam pengolahan air limbah karena kemampuan adsorpsi yang sangat baik untuk senyawa organik [7]. Karena luas permukaan yang sangat tinggi, struktur berpori yang bervariasi, kapasitas adsorpsi yang besar, dan kinetika adsorpsi yang cepat, karbon aktif dapat digunakan dalam berbagai aplikasi lingkungan, kesehatan, keselamatan dan industri yang luas dan berkembang, seperti penyimpanan gas, pemulihan cairan ionik, katalis mendukung, elektroda baterai, pembuatan kapasitor lapisan ganda listrik, dan pemurnian dan penghilangan komponen berbahaya dalam fase gas dan cairan [8].

Karena sifat fisik dan kimia yang unik (misalnya, luas permukaan tinggi, volume pori yang besar, ukuran pori-pori yang teratur, kerangka kerja yang saling terkait, dan stabilitas kimia), penelitian ini difokuskan untuk menggunakan bahan karbon aktif untuk menghilangkan polutan. Sayangnya, sifat hidrofobik bahan karbon

aktif membatasi potensinya dalam adsorpsi. Selain itu, pemisahan bahan karbon dari sistem akhir sangat sulit, bahkan menyebabkan polusi sekunder. Oleh karena itu, gugus fungsional khusus diperlukan untuk mengubah keseimbangan hidrofobik/hidrofilik permukaan dan mengeksplorasi metode yang sangat efisien dan layak untuk pemisahan bahan karbon aktif [4].

Upaya signifikan telah dikhususkan untuk memfungsikan bahan karbon aktif dalam beberapa tahun terakhir. Fungsionalisasi dapat dicapai dengan modifikasi permukaan atau dengan pengenalan benda nano fungsional asing [6]. Di antara modifikasi permukaan, metode oksidatif adalah salah satu metode yang paling mudah dan sering digunakan. Gugus fungsional karboksilat dapat ditambahkan saat mengoksidasi permukaan bahan karbon dengan berbagai zat oksidasi seperti larutan asam nitrat, sulfat, ozon, dan amonium persulfat terkonsentrasi ($(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, APS), yang dapat membantu untuk meningkatkan polaritas permukaan aktif untuk absorpsi senyawa organik [6]. Shaarani (2011) di dalam penelitiannya menunjukkan bahwa modifikasi permukaan karbon aktif yang menggunakan amina terbukti dapat meningkatkan kapasitas absorpsi untuk 2,4-DCP (2,4-dichlorophenol). Hal ini disebabkan oleh gugus fungsional pada permukaan yang dibuat oleh penggabungan nitrogen (melalui perlakuan amonia) yang menghasilkan permukaan karbon lebih bermuatan positif [9].

Pengembangan riset dan penelitian telah banyak dilakukan untuk meningkatkan kinerja karbon aktif sebagai adsorben. Pada penelitian yang dilakukan oleh Shi *et al* (2018) modifikasi *Carbon Dots* dengan ZnFe_2O_4 menunjukkan aktivitas penyerapan larutan MO yang tinggi [25]. Karena itu modifikasi karbon aktif dengan ammonia dan logam Fe/Zn diharapkan mampu meningkatkan absorpsi daya absorpsi terhadap kontaminan parasetamol.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas maka dapat dirumuskan beberapa permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh perbandingan mol Fe(III) dan Zn(II) pada komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ terhadap sifat kimia dan nilai adsorpsi parasetamol oleh komposit?

2. Bagaimana pengaruh pembentukan komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dibandingkan dengan material karbon sebelum menjadi komposit terhadap sifat kimia dan nilai adsorpsi parasetamol oleh komposit?
3. Bagaimana struktur kristal komposit yang memiliki nilai adsorpsi parasetamol tertinggi?

1.3 Batasan Masalah

Berdasarkan uraian perumusan masalah diatas, maka penelitian ini dibatasi pada:

1. Perbandingan mol Fe(III)/Zn(II) yang dipelajari yaitu 1:2, 1:3, 1:4, 1:5
2. Karbon aktif dipreparasi dari arang kayu yang dibuat di pasaran
3. Aktivasi arang kayu menggunakan larutan KOH
4. Aminasi menggunakan NH_3 yang dikarakterisasi oleh FTIR
5. Limbah farmasi yang digunakan adalah limbah buatan, yaitu dari larutan parasetamol hasil preparasi

1.4 Tujuan Penelitian

1. Mempelajari pengaruh perbandingan mol Fe(III) dan Zn(II) pada preparasi komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ terhadap sifat kimia dan nilai adsorpsi parasetamol oleh komposit
2. Mempelajari pengaruh pembentukan komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dibandingkan dengan material karbon sebelum menjadi komposit terhadap sifat kimia nilai adsorpsi parasetamol
3. Mengetahui struktur kristal komposit terbaik

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini dapat digunakan sebagai salah satu metode referensi untuk preparasi komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$. Selain itu, hasil penelitian ini juga dapat menjadi referensi untuk pengolahan limbah cair farmasi dengan menggunakan adsorben komposit.

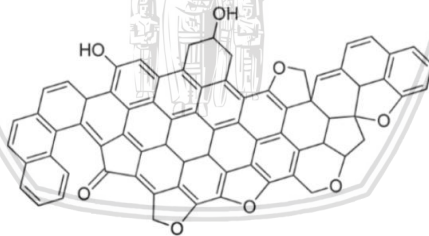
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biochar

Biochar adalah istilah ilmiah baru dengan berbagai definisi dalam literatur. Biochar dapat didefinisikan dengan baik sebagai produk kaya karbon, biomassa seperti kayu, pupuk kandang atau daun dipanaskan dalam wadah tertutup dengan udara sedikit atau tidak tersedia. Biochar didefinisikan sebagai padatan berpori kaya karbon yang dihasilkan oleh dekomposisi termal biomassa dalam reaktor dengan sedikit atau tidak ada udara yang tersedia dan pada suhu sedang (misalnya, 350-700°C) [10].

Biochar diproduksi oleh pirolisa biomassa yang disebut di bawah persediaan O_2 yang terbatas pada suhu yang relatif rendah. Dari sudut pandang penggunaannya sebagai bahan baku kimia, biochar dianggap sebagai jenis biokarbon tertentu. Ini didefinisikan sebagai berbagai macam bahan karbon yang berasal dari semua jenis sumber hayati, seperti tumbuhan, hewan, dan mikroba. Ini dihasilkan oleh berbagai metode, seperti karbonisasi, pirolisis, perlakuan hidrotermal, gasifikasi, dan lainnya [11].



Gambar 2.1 Struktur Biochar [10]

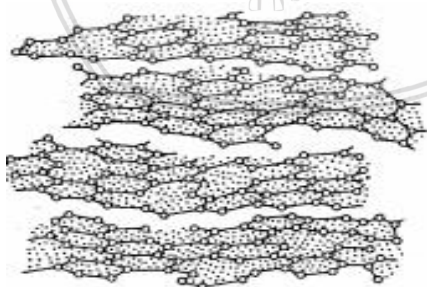
Aplikasi lain biochar pada penelitian Yin *et al* (2017) yaitu digunakan untuk mengetahui pengaruh biochar yang berasal dari jerami padi dan biochar yang diresapi dengan besi (Fe-biochar) terhadap mobilitas Cd dan As pada rizosfer padi. Biochar dimodifikasi dengan 0.1 M $FeCl_2$ dengan rasio 1:15 (g/ml) dan dikocok dengan suhu 55°C selama 24 jam. $NaClO$ ditambahkan setiap 4 jam sekali dan pH dikontrol sekitar 4.5-5.0 dengan HCl. Hasilnya menunjukkan bahwa biochar dan Fe-biochar efektif dalam mengurangi serapan Cd

dan As oleh beras, sehingga dapat digunakan sebagai tindakan darurat untuk mengatasi kontaminasi Cd dan As di tanah sawah [12].

2.2 Karbon Aktif

Karbon aktif adalah suatu bahan hasil proses pirolisis arang pada suhu 600-900°C. Bentuk dominannya adalah karbon amorf yang memiliki luas permukaan dan volume pori yang besar [13]. Karbon aktif adalah adsorben yang kuat karena kemampuannya yang tinggi untuk menyerap berbagai zat baik dari gas dan cairan. Karbon aktif terutama terdiri dari karbon (87-97%) dan juga mengandung unsur-unsur seperti hidrogen, oksigen, sulfur dan nitrogen, serta berbagai senyawa yang berasal dari bahan baku yang digunakan atau dihasilkan selama produksinya. Volume pori karbon aktif biasanya lebih besar dari 0.2 cm³/g, bahkan melebihi 1.0 cm³/g. Luas permukaan spesifik pada umumnya lebih dari 400 m²/g namun dalam beberapa kasus lebih besar dari 1000 m²/g [20].

Menurut Lempang (2014) karbon aktif adalah suatu karbon yang mempunyai kemampuan daya serap yang baik terhadap anion, kation, dan molekul dalam bentuk senyawa organik dan anorganik, baik berupa larutan maupun gas. Beberapa bahan yang mengandung banyak karbon dan terutama yang memiliki pori dapat digunakan untuk membuat arang aktif. Pembuatan arang aktif dilakukan melalui proses aktivasi arang dengan cara fisika atau kimia [14].



Gambar 2.2 Struktur Karbon Aktif [20]

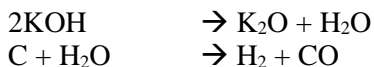
2.3 Aktivasi Karbon

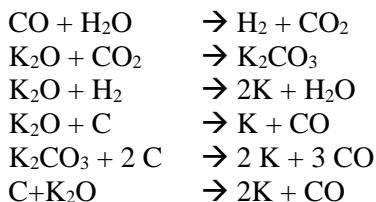
Karbon aktif dapat dibedakan dengan karbon biasa berdasarkan sifat pada permukaannya. Permukaan karbon masih ditutupi oleh deposit hidrokarbon yang menghambat keaktifannya, sedangkan permukaan karbon aktif relatif telah bebas dari deposit, permukaannya luas dan pori-porinya telah terbuka, sehingga memiliki daya serap tinggi. Untuk meningkatkan daya serap karbon, maka bahan tersebut dapat diubah menjadi karbon aktif melalui proses aktivasi [14]

Karbon aktif dapat dibuat melalui dua tahap, yaitu tahap karbonisasi dan aktivasi. Karbonisasi merupakan proses pengarangan dalam ruangan tanpa adanya oksigen dan bahan kimia lainnya, sedangkan aktivasi adalah suatu perlakuan terhadap arang yang bertujuan untuk membuka atau memperbesar pori yaitu dengan cara memecahkan ikatan hidrokarbon atau mengoksidasi molekul-molekul permukaan sehingga arang mengalami perubahan sifat, baik fisika maupun kimia, yaitu luas permukaannya bertambah besar dan berpengaruh terhadap daya adsorpsi [15].

Aktivasi dibagi menjadi dua yaitu aktivasi fisika dan aktivasi kimia. Aktivasi fisika dapat didefinisikan sebagai proses memperluas pori dari arang aktif dengan bantuan panas, uap dan gas CO_2 . Sedangkan aktivasi kimia merupakan aktivasi dengan pemakaian bahan kimia yang dinamakan aktivator. Aktivator yang sering digunakan adalah KOH , NaOH , H_3PO_4 atau ZnCl_2 atau senyawa kimia lainnya. Sekian banyak reagen yang digunakan untuk aktivasi, ZnCl_2 , H_3PO_4 dan KOH adalah yang paling umum digunakan. ZnCl_2 dan H_3PO_4 bertindak sebagai agen dehidrasi, sedangkan KOH bertindak sebagai oksidan. KOH menghasilkan karbon aktif dengan luas permukaan yang sangat besar hingga sekitar $4000 \text{ m}^2/\text{g}$ dan volume pori yang tinggi hingga $2.7 \text{ cm}^3/\text{g}$ [16].

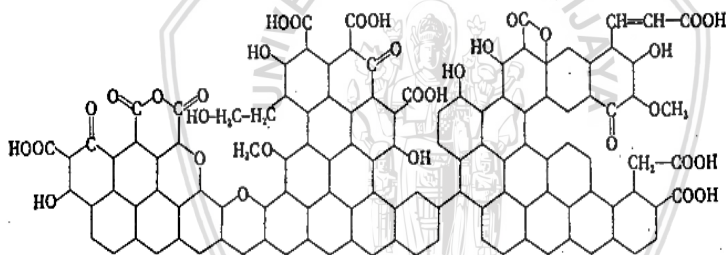
Menurut penelitian Wang dan kaskel (2012) dibandingkan dengan karbon aktif secara fisika, karbon aktif secara kimia memiliki luas permukaan spesifik yang lebih tinggi dan porositas yang lebih tinggi, terutama yang diaktifkan oleh KOH , yang telah dikenal sejak 1978). KOH -activated carbons (KOH-ACs) dapat memiliki luas permukaan spesifik $>3000 \text{ m}^2 / \text{g}$ dan volume pori $1,8 \text{ cm}^3 / \text{g}$. Proses aktivasi karbon oleh KOH ditunjukkan reaksi sebagai berikut [17] :





2.4 Fungsionalisasi Karbon Aktif

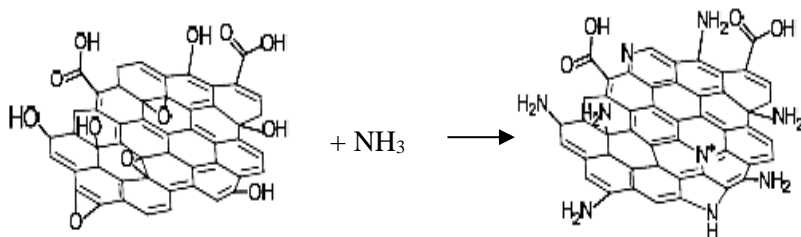
Fungsionalisasi karbon aktif merupakan suatu perlakuan yang bertujuan untuk meningkatkan sifat adsorpsi dan katalitik. Fungsionalisasi dapat dilakukan dengan beberapa gugus fungsi seperti karboksil, karboksil, fenol, lakton, kuinon, belerang, nitrogenasi dan perlakuan fungsionalisasi ligan yang terkoordinasi. Modifikasi nitrogenasi karbon aktif diterapkan secara luas karena pada permukaan karbon aktif dapat mendukung interaksi dengan adsorbat polar [18].



Gambar 2.3 Gugus Fungsi Pada Permukaan Karbon [20]

Perlakuan nitrogenasi karbon aktif juga dapat mempengaruhi struktur pori karbon aktif. Nitrogenasi meningkatkan permukaan karbon aktif, yang diperlukan dalam proses adsorpsi. Diantara berbagai metode modifikasi, telah dikonfirmasi bahwa perlakuan dengan penambahan ammonia dapat mengurangi gugus fungsi yang mengandung oksigen dan penambahan gugus fungsi yang mengandung nitrogen berkontribusi pada peningkatan yang berbeda dalam adsorpsi polutan termasuk CO_2 , SO_2 , fenol dan melarutkan bahan organik alami. Yang, *et al* (2016) mengungkapkan bahwa perlakuan ammonia pada karbon aktif dapat meningkatkan kerja analitik untuk reduksi oksigen pada media netral dan meningkatkan biodegradabilitas air limbah dalam oksidasi basah katalitik [18].

Berikut adalah reaksi fungsionalisasi karbon dengan oksidasi menggunakan amonia [19]:

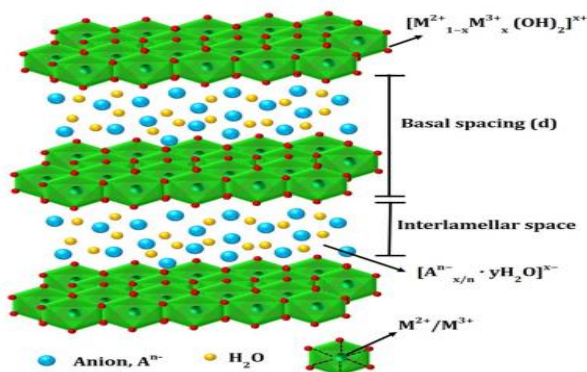


Gambar 2.4 Reaksi Fungsionalisasi Karbon dengan Amonia [19]

2.5 Modifikasi Karbon Aktif dengan LDH dan LDO

2.5.1 LDH (Layered Double Hydroxides) dan LDO (Layered Double Oxides)

Layerd Double Hydroxides (LDH) merupakan salah satu jenis bahan berlapis dan juga dikenal sebagai lempung anionik. LDH memiliki beberapa sifat menarik, seperti mudah untuk disintesis, struktur unik, pembentukan persebaran kation logam yang berbeda pada lapisannya, adanya gugus hidroksil pada permukaan, memiliki kelenturan yang fleksibel, anion yang berseling dengan lapisan interlayer, stabilitas kimia dan termal yang tinggi, kemampuan untuk menyisipkan berbagai jenis anion (anorganik, organik, biomolekul dan bahkan gen). Rumus umum LDH adalah $[M^{II}_{1-x}M^{III}_x(OH)_2]^{x+}[A_{x/n}^{n-} \cdot yH_2O]^x$, dimana M(II) dan M(III) masing-masing merupakan kation logam divalen dan trivalen, dan A^{n-} merupakan anion n-valen [30].



Gambar 2.5 Struktur *Layered Double Hydroxides* (LDH) [30]

Layerd Double Oxides (LDO) berasal dari *Layerd Double Hydroxides* (LDH) dengan perlakuan secara termal tertentu. Selama perlakuan secara termal, LDH akan secara bertahap kehilangan molekul air interlayer. Selanjutnya, LDH mengalami dehidroksilat dan dekarbonat sampai tingkat tertentu dengan kenaikan suhu, menghasilkan pembentukan *Layerd Double Oxides* (LDO). LDO di kalsinasi dari LDH memiliki luas permukaan spesifik tinggi, struktur stabil dan khususnya logam yang terdispersi dengan baik yang memainkan peran penting dalam proses katalis heterogen. Karena sifat yang sangat baik, LDO telah mendapat banyak perhatian dalam remediasi kontaminan lingkungan sebagai penyerap, katalisator atau dukungan katalis [21]. Huang, *et al* (2015) di dalam penelitiannya mengungkapkan bahwa LDO merupakan LDH yang terdekomposisi menjadi campuran oksida. LDO memiliki kapasitas teoritis yang lebih tinggi daripada LDH karena tidak adanya interlayer anion dan air. Yang terpenting, LDO masih memiliki struktur lembaran yang sama seperti LDH, yang menguntungkan elektroda. LDO telah diterapkan pada baterai sekunder Zn / Ni pada penelitian sebelumnya [22].

2.5.2 Zn-Fe-LDH dan ZnFe₂O₄

Zn-Fe-LDH merupakan jenis baru dalam LDH karena terdiri dari kombinasi baru dari spesies ion logam. Selektivitas anion LDH dianggap dipengaruhi oleh spesies ion logam pada LDH [24]. Zn-Fe-LDH akan mengalami rekristalisasi menjadi ZnFe₂O₄ setelah diberikan suhu yang tinggi. ZnFe₂O₄ merupakan jenis MFe₂O₄ (M

adalah kation logam divalen) adalah senyawa magnetik dengan struktur spinel kubik yang telah banyak digunakan dalam pengolahan air. ZnFe_2O_4 adalah bahan magnetik yang menarik dengan stabilitas kimia dan kekerasan mekanis yang sangat baik, yang menunjukkan sifat adsorptif yang sangat baik [23].

Berdasarkan penelitian yang dilakukan Ahmad *et al* (2014) sintesis Zn-Fe-LDH dilakukan dengan metode kopresipitasi pada rasio molar $\text{Zn}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ yaitu 1, 2, 3 dan 4 pada nilai akhir pH 8. Sintesis ini dilakukan dengan penambahan dua larutan nitrat logam yaitu $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$. Larutan logam nitrat ditambahkan 0.1 M Na_2CO_3 tetes demi tetes dengan pengadukan secara konstan. Nilai pH di kontrol denan penambahan larutan NaOH 0.5 M dan selanjutnya dilakukan pemanasan pada 70°C selama 18 jam 50 rpm. Endapan yang dihasilkan dicuci dengan air deionisasi beberapa kali dengan sentrifugasi. Endapan dikeringkan pada oven pada suhu 70°C selama 2 hari. Oksida logam campuran terbentuk dengan proses kalsinasi Zn-Fe-LDH pada suhu 600°C [25].

Penelitian lain dilakukan oleh Hongo *et al* (2008) sintesis Zn-Fe-LDH dengan sulfat sebagai anion interlayer yang dipreparasi dengan metode kopresipitasi. Campuran larutan garam $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dengan rasio Zn/Fe 2 dalam akuades dan larutan NaOH 1.25 M secara bersamaan ditambahkan dan dikocok hingga pH 7. Selanjutnya dipanaskan dengan suhu 38°C selama 24 jam. Campuran di saring dan endapan dicuci dengan akuades. Endapan dikeringkan pada suhu 40°C dan sampel (Zn-Fe-LDH) diperoleh disimpan dalam suhu ruang. Zn-Fe-LDH dikalsinasi pada 350, 550 dan 950°C selama 10 menit. LDH kehilangan molekul air pada suhu dibawah 300°C dan berubah menjad fasa amorf. Rekristalisasi dari fasa amorf ke ZnO, ZnFe_2O_4 dan $\text{Zn}_3\text{O}(\text{SO}_4)_2$ pada suhu mendekati 450°C dan terdekomposisi ke ZnO, SO_2 dan O_2 diatas 700°C [24].

2.6 Adsorpsi

2.6.1 Pengertian Adsorpsi

Adsorpsi adalah proses transfer fasa yang banyak digunakan dalam praktik untuk menghilangkan zat dari fasa fluida (gas atau cairan). Hal ini juga dapat diamati sebagai proses alami di berbagai kompartemen lingkungan. Definisi yang paling umum menggambarkan adsorpsi sebagai pengayaan spesies kimia dari fasa

fluida pada permukaan cairan atau zat padat. Dalam pengolahan air, adsorpsi telah terbukti sebagai proses pelepasan yang efisien untuk banyak zat terlarut. Di sini, molekul atau ion dikeluarkan dari larutan berair dengan adsorpsi ke permukaan padat [26].

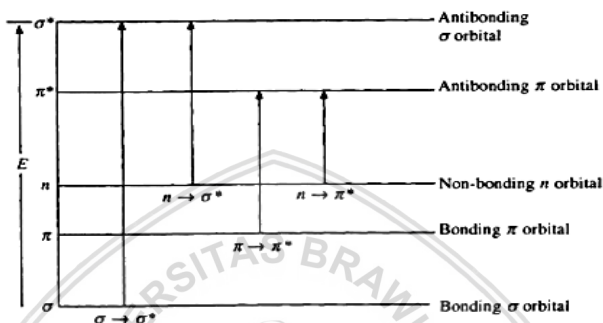
Bahan padat yang menyediakan permukaan untuk adsorpsi disebut sebagai adsorben dan spesi yang akan diadsorpsi diberi nama adsorbat. Dengan mengubah sifat fase cair (misalnya konsentrasi, suhu, pH) spesi yang teradsorpsi dapat dilepaskan dari permukaan dan dipindahkan kembali ke fase cair. Proses pembalikan ini disebut sebagai desorpsi. Karena adsorpsi adalah proses permukaan, luas permukaan adalah parameter kualitas utama dari adsorben. Rekayasa adsorben biasanya memiliki pori yang tinggi dengan luas permukaan berkisar antara 102 dan 103 m²/g. Porositasnya memungkinkan adsorben memiliki permukaan yang besar seperti permukaan internal yang dibentuk oleh dinding pori-pori. Sebaliknya, permukaan luar biasanya dibawah 1 m²/g oleh karena itu memiliki relevansi kecil. Sebagai contoh, permukaan luar karbon aktif bubuk dengan kerapatan partikel 0,6 g/cm³ dan jari-jari partikel 0,02 mm hanya 0,25 m²/g [26].

2.6.2 Adsorpsi Parasetamol

Adsorpsi parasetamol dilakukan dengan spektrofotometri UV-Vis. Spektrofotometri UV-Vis merupakan suatu metode pencatatan penyerapan radiasi di daerah ultraviolet dan terlihat pada spektrum elektromagnetik. Daerah ultraviolet memiliki rentang dari 10 sampai 400 nm. Terbagi menjadi daerah ultraviolet dekat (200-400 nm) dan daerah ultraviolet jauh (10-200 nm). Daerah sinar tampak memiliki rentang dari 400 sampai 800 nm. Penyerapan radiasi elektromagnetik di daerah ultraviolet dan tampak akan menyebabkan elektron tereksitasi dari orbital molekul rendah ke tinggi. Karena spektrofotometri UV-Vis melibatkan transisi elektronik, sering disebut spektroskopi elektronik. Pada spektrofotometri UV-Vis akan dihasilkan spektrum sebagai bidang panjang gelombang radiasi yang diserap dengan intensitas penyerapan sebagai adsorbansi (densitas optik) A atau absorptivitas molar (koefisien ekstingsi molar) ϵ [28].

Spektrum serapan UV-Vis berasal dari transisi elektronik dalam sebuah molekul. Transisi yang melibatkan promosi elektron valensi dari keadaan dasar ke keadaan energi tinggi (keadaan tereksitasi) yang disebut eksitasi elektronik dan disebabkan oleh

penyerapan energi radiasi di UV. Menurut teori orbital molekul, eksitasi radiasi dengan penyerapan radiasi didaerah UV-Vis melibatkan promosi elektron dari orbital ikatan, non-ikatan (n) atau anti-ikatan. Ada orbital ikatan σ dan π masing-masing dihubungkan dengan orbital anti-ikatan σ^* dan π^* ($\sigma \rightarrow \sigma^*$, $\pi \rightarrow \pi^*$, dan $n \rightarrow \sigma^*$) [28].



Gambar 2.6 Transisi Elektronik [28].

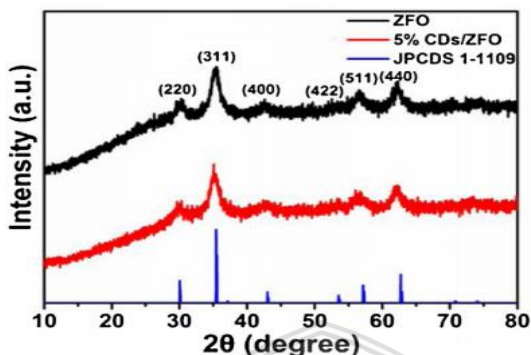
Telah dilakukan penelitian adsorpsi parasetamol yang dilakukan Sellaoui (2017), adsorpsi parasetamol dilakukan dengan menggunakan karbon aktif yang dimodifikasi menjadi komposit $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dengan variasi menggunakan besi benzoat dan kobalt dan besi oksalat dengan kobalt. Adsorpsi isoterm parasetamol dilakukan pada panjang gelombang maksimum 242.5 nm dengan konsentrasi 70-2000 ppm sebanyak 20 mL yang ditambahkan pada 30 mg komposit. Modifikasi karbon aktif dengan besi oksalat dan kobalt memberikan efisiensi yang lebih tinggi untuk pengolahan air limbah [31].

2.7 Karakterisasi Produk

2.7.1 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan teknik umum yang dipakai untuk mengetahui karakteristik kristalografi suatu material melalui puncak-puncak intensitas yang muncul. Prinsip kerja XRD yaitu radiasi sinar x ditembakkan pada material akan menghasilkan grafik hubungan antara sudut 2θ dan intensitas sinar x. Melalui proses

difraksi sinar x tersebut dapat mengidentifikasi struktur, ukuran butir, unsur dan parameter kisi suatu kristal [27].



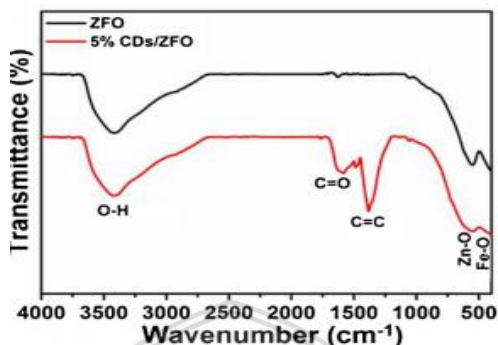
Gambar 2.7 Hasil Analisis XRD ZnFe_2O_4 (ZFO), komposit 5% CDs/ ZnFe_2O_4 (CDs/ZFO), dan JPCDS 1-1109 [23]

Pada gambar tersebut menunjukkan pola difraksi dari ZnFe_2O_4 (ZFO) dan komposit 5% CDs/ ZnFe_2O_4 (CDs/ZFO). Pola XRD untuk ZFO dapat diindeks dengan sempurna ke struktur spinel kubik (JPCDS 1-1109) dan tidak ada puncak karakteristik pengotor yang terdeteksi. Puncak di $2\theta = 30.1^\circ, 35.2^\circ, 42.8^\circ, 52.9^\circ, 56.5^\circ$ dan 67.8° dapat diberikan refleksi masing-masing (220), (311), (400), (422), (511) dan (440) pada bidang ZnFe_2O_4 . Pada 5% CDs/ZFO, puncak difraksi karakterisasi utama serupa dengan ZFO. Hal ini dicatat bahwa puncak XRD CD hampir 26° tidak diamati, yang dianggap berasal dari jumlah yang sedikit dan intensitas difraksi CD yang relatif rendah [23].

2.7.2 Spektrofotometer *Fourier Transform-Infrared* (FT-IR)

Spektroskopi inframerah adalah teknik yang didasarkan pada getaran atom suatu molekul. Spektrum inframerah umumnya diperoleh dengan melewati radiasi infra merah melalui sampel dan menentukan fraksi radiasi yang diserap pada energi tertentu. Energi di mana setiap puncak dalam spektrum penyerapan muncul sesuai dengan frekuensi getaran dari bagian sebuah sampel molekul. Spektroskopi Fourier-Transform Infrared (FTIR) didasarkan pada gagasan adanya interferensi radiasi antara dua berkas untuk menghasilkan interferogram. Sinyal yang dihasilkan sebagai fungsi dari perubahan *pathlength* antara kedua sinar. Dua domain jarak dan

frekuensi saling dipertukarkan dengan metode matematis transformasi Fourier [29].



Gambar 2.8 Hasil Analisis FTIR ZnFe_2O_4 (ZFO) dan komposit 5% CDs/ ZnFe_2O_4 (CDs/ZFO) [23]

Spektra FTIR diatas menunjukkan ZFO dan 5% CDs/ZFO. Spektra FTIR menunjukkan bahwa tiga puncak karakteristik pada sekitar 550, 415, dan 3443 cm^{-1} sesuai dengan vibrasi regangan ikatan Zn-O pada posisi tetrahedral, ikatan Fe-O pada posisi oktahedral dan H_2O yang teradsorpsi secara berturut-turut. Pada 5% CDs/ZFO, terdapat vibrasi regangan CO dan CC teramati pada 1395 dan 1635 cm^{-1} dalam komposit, yang mengacu pada gugus fungsional baru dan gugus yang mengandung oksigen CD, yang berkontribusi untuk meningkatkan adsorpsi molekul zat warna [23].

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik dan Kimia Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Malang. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari hingga April 2018.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain neraca analitik, pengaduk magnetik, ayakan ukuran 30 dan 60 mesh, FT-IR (*Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* 8400S, *hot plate*, UV-Vis 1601, XRD (*X-ray Diffraction*), oven, tanur *furnace* 6000 *Branstead Thermolyne*, dan peralatan gelas.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah arang kayu, KOH (Merck), HCl 37% ($p = 1,19$ mg/L) (Merck), NH₃ 25% ($p = 0,91$ mg/L) (Merck), akuades, FeCl₃ (Merck), ZnCl₂ (Merck), NaOH (Merck), dan parasetamol (Pharmacy).

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahapan kegiatan, antara lain:

1. Preparasi prekursor (arang kayu)
2. Aktivasi arang kayu dengan KOH
3. Fungsionalisasi karbon aktif dengan aminasi
4. Pembuatan komposit Zn-Fe-LDH/AC
5. Pembuatan ZnFe₂O₄/AC
6. Karakterisasi produk dengan FT-IR, dan XRD
7. Uji adsorpsi parasetamol dengan ZnFe₂O₄/AC
8. Analisis data

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Prekursor (Arang Kayu)

Arang kayu yang dijual di pasaran sebanyak 1 kg ditumbuk dan diayak sehingga mendapatkan ukuran partikel antara 30-60 mesh.

3.4.2 Aktivasi Arang Kayu dengan KOH

Campuran larutan KOH 4M sebanyak 100 mL dan arang kayu sebanyak 10 g dikocok selama 2 jam pada temperatur kamar, setelah itu didekantasi, dikeringkan pada 105°C dan dikalsinasi pada 500°C selama 10 menit. Setelah itu dicuci dengan larutan HCl 1M dan akuades hingga filtrat memiliki pH sama dengan akuades. Produk karbon aktif dikeringkan pada 105°C selama 6 jam. Sebagian karbon aktif dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR, dan sebagian untuk pembuatan komposit.

3.4.3 Fungsionalisasi Karbon Aktif dengan Aminasi

Karbon aktif disuspensikan dalam larutan NH_3 20% dengan perbandingan 1:10 (g/mL) dan dipanaskan 80°C selama 3 jam. Setelah itu ditambahkan 500 mL akuades dan dikocok 24 jam untuk menghilangkan sisa amonia yang tidak bereaksi. Setelah itu dicuci hingga filtrat hingga pH 7. Karbon aktif hasil fungsionalisasi dikeringkan pada 70°C selama 1 malam.

3.4.4 Pembuatan Komposit Zn-Fe-LDH/AC

Prosedur mengacu pada Hongo *et al* (2008) dengan mengganti garam sulfat dengan garam klorida dan menerapkan perbandingan mol Fe/Zn 1:1 mengacu pada Ahmed *et al* (2014). Sebanyak 0,5 gram karbon aktif, larutan FeCl_3 dan ZnCl_2 masing-masing 0,20 M sebanyak 50 mL dicampur (dikocok selama 1 jam dengan 175 rpm) dan ditetesi dengan larutan NaOH 5M sambil diaduk hingga diperoleh pH 7. Setelah itu dipanaskan pada 80°C selama 3 jam. Campuran disaring, dicuci dan dikeringkan pada 70°C selama 24 jam. Kemudian produk dibagi 2 [24, 25].

3.4.5 Pembuatan Komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$

Komposit Zn-Fe-LDH/Karbon Aktif dikalsinasi selama 5 menit pada temperatur 950°C. Prosedur mengacu pada Hongo *et al* (2008).

3.4.6 Karakterisasi Produk

3.4.6.1 Karakterisasi Produk Menggunakan FTIR

Hasil sintesis ZnFe_2O_4 /Karbon Aktif dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometri inframerah. Preparasi untuk karakterisasi dilakukan dengan pembuatan pelet KBr. Pelet KBr dibuat dengan cara mencampurkan 0,5 g padatan hasil sintesis dan 0,07 g KBr. Kemudian campuran digerus, dimasukkan ke dalam *pellet press*, dan dikompresi. Selanjutnya, pelet KBr yang mengandung sampel hasil sintesis diletakkan diantara dua celah yang dilewati berkas sinar inframerah dan dibuat spektrumnya pada rentang bilangan gelombang $4000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$.

3.4.6.2 Karakterisasi Produk Menggunakan XRD

Produk dikarakterisasi menggunakan *XRD*. Spesifikasi alat yang digunakan yaitu Sumber sinar X berasal dari logam Cu dengan panjang gelombang $\text{K}\alpha 1$ sebesar $1,5406\text{ \AA}$. Sampel dianalisis pada sudut 2θ dari 0° sampai 80° . Karakterisasi produk menggunakan metode serbuk. Sampel diletakan pada *sample holder*. Tabung X-Ray dijalankan pada 30 mA dan 40 kV selanjutnya akan menghasilkan sinar-X dengan panjang gelombang tertentu. Sinar tersebut ditembakkan pada sampel yang akan dianalisis sehingga menghasilkan data intensitas dan sudut difraksi (2θ) dari masing-masing katalis.

3.4.7 Uji Adsorpsi Parasetamol dengan Komposit ZnFe_2O_4 /Karbon Aktif

Untuk uji adsorpsi ini, adsorben yang digunakan meliputi arang kayu, karbon aktif, karbon hasil aminasi, modifikasi dengan Zn-Fe-LDH dan ZnFe_2O_4 . Kontaminan yang digunakan adalah parasetamol. Sebanyak 0,1 g adsorben ditambah dengan 25 mL larutan kontaminan parasetamol 50 mg/L dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 200 rpm pada temperatur kamar selama 24 jam. Setelah itu larutan disaring dan ditentukan secara spektrofotometri UV-Vis. Uji adsorpsi diulang 3 kali untuk tiap perlakuan.

3.4.8 Analisis Konsentrasi Parasetamol menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

3.4.8.1 Penentuan λ maksimum pada larutan parasetamol dengan spektrofotometer UV-Visible

Panjang gelombang maksimum ditentukan dengan cara mengukur nilai absorbansi parasetamol 10 mg/L pada panjang gelombang antara 200-400 nm dengan menggunakan spektrofotometer UV-Visible.

3.4.8.2 Pembuatan Kurva Baku Parasetamol

Larutan parasetamol dibuat dengan konsentrasi 10, 20, 30, 40, dan 50 mg/L dan diukur nilai absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada nilai panjang gelombang maksimum. Hasil pengukuran dibuat kurva hubungan antara konsentrasi (mg/L) sebagai sumbu x dan nilai absorbansi sebagai sumbu y sehingga akan menghasilkan persamaan regresi linier yang sesuai dengan persamaan (3.1):

$$y = ax \quad (3.1)$$

3.4.8.3 Penentuan Konsentrasi Parasetamol Sebelum dan Sesudah Proses Adsorpsi pada λ Maksimum

Konsentrasi larutan parasetamol sebelum dan setelah proses adsorpsi diukur dengan spektrofotometer UV-Vis. Larutan parasetamol dipipet sebanyak 25 mL dengan konsentrasi 50 mg/L. Selanjutnya dilakukan pengukuran absorbansi pada λ maksimum dengan menggunakan spektrofotometer UV-Visible.

3.4.9 Analisis Data

3.4.9.1 Rumus Penentuan Parasetamol yang Teradsorpsi

Tahap analisis dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui parasetamol yang terserap oleh komposit ZnFe_2O_4 /Karbon Aktif. Prosentase parasetamol teradsorpsi dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ Parasetamol teradsorpsi} = \frac{C_o - C_s}{C_o} \times 100\% \quad (3.2)$$

Keterangan:

C_o = konsentrasi parasetamol sebelum adsorpsi (mg/L)

C_s = konsentrasi parasetamol sesudah adsorpsi (mg/L)

Selain dengan bentuk % teradsorpsi, kadar parasetamol teradsorpsi juga dapat dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kadar parasetamol teradsorpsi} = \frac{(C_o - C_s) \times V}{W} \text{ mg/g} \quad (3.3)$$

Keterangan:

C_o = Konsentrasi parasetamol sebelum adsorpsi (mg/L)

C_s = Konsentrasi parasetamol sesudah adsorpsi (mg/L)

V = Volume larutan total parasetamol (L)

W = Massa adsorben (ZnFe_2O_4 /Karbon Aktif) (g)

3.4.9.2 Uji F

Uji F adalah uji yang digunakan untuk mengetahui adanya perbedaan rata-rata atau nilai tengah pada data dengan menggunakan standar nilai F sebagai pembanding. Apabila terdapat adanya perbedaan, maka dilakukan Uji Beda Nyata Terkecil (BNT). Pola analisis uji F disajikan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Pola analisis uji F

Perlakuan	Ulangan			Total	Rata- rata
	1	2	3		
A	Y_{11}	Y_{14}	Y_{13}		
B					
C					
Total			Y_{12}		

Jika $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$ maka H_0 ditolak, berarti terdapat perbedaan nyata perlakuan dan dilakukan uji Beda Nyata Terkecil (BNT).

3.4.9.3 Uji BNT (Beda Nyata Terkecil)

Uji BNT digunakan untuk mengetahui perbedaan rata-rata suatu data atau nilai tengah yang dihasilkan melalui persamaan (3.7):

$$\text{BNT}(\alpha) = t_{\text{tabel}}\left(\frac{\alpha}{2}, dBG\right) \frac{\sqrt{2KTg}}{r} \quad (3.7)$$

Dimana :

KTg = kuadrat tengah galat yang diperoleh dari analisa ragam

α = taraf nyata

- r = banyaknya pengulangan
t = nilai yang diperoleh dari *tabel t-student* pada taraf nyata (α)

Dari nilai Uji BNT yang diperoleh dapat ditarik kesimpulan, yaitu jika $BNT(\alpha) < (X_A - X_B)$ menunjukkan adanya perbedaan dan jika $BNT(\alpha) > (X_A - X_B)$ menunjukkan tidak adanya beda nyata.



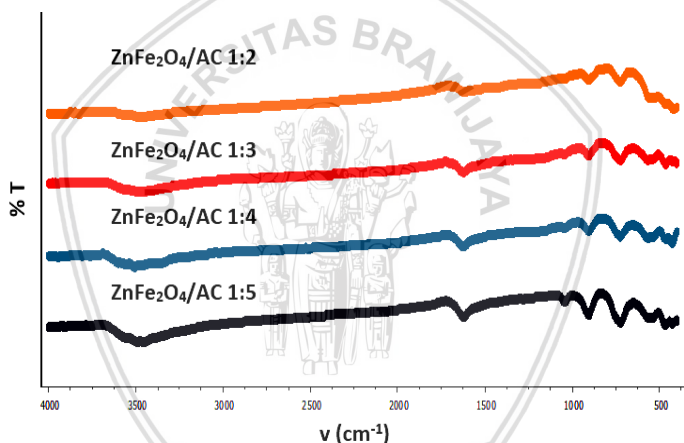
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengaruh Perbandingan Mol Fe(III):Zn(II) terhadap Gugus Fungsi dan Nilai Adsorpsi Parasetamol

4.1.1 Pengaruh Perbandingan Mol Fe(III):Zn(II) terhadap Gugus Fungsi

FTIR digunakan untuk mengidentifikasi pengaruh perbandingan mol Fe(III):Zn(II) terhadap gugus fungsi pada komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$. Selain itu juga untuk mengetahui perubahan pergeseran bilangan gelombang atau perubahan ketajaman pita yang disebabkan pengaruh perbandingan mol Fe(III):Zn(II).



Gambar 4.1 Spektrogram Inframerah $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dengan berbagai perbandingan mol.

Spektrogram FTIR pada **Gambar 4.1** tidak menunjukkan adanya perbedaan pada berbagai perbandingan mol Fe(III):Zn(II) 1:2, 1:3, 1:4, dan 1:5 pada $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$. Spektrogram $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ memperlihatkan adanya regangan gugus hidroksil ($\nu_{\text{O-H}}$) serapan yang terjadi pada $3000\text{--}3500\text{ cm}^{-1}$. Pada bilangan gelombang $416,7$; $465,8$; $426,2$; dan $467,3\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya serapan dari Zn-O. Sedangkan serapan Fe-O terjadi pada bilangan gelombang $558,7$; $567,6$; 570 dan

538,7 cm^{-1} . Adanya kenaikan intensitas yang terjadi dari Fe(III):Zn(II) 1:2 sampai 1:5 yang disebabkan peningkatan jumlah logam yang ditambahkan pada adsorben [32].

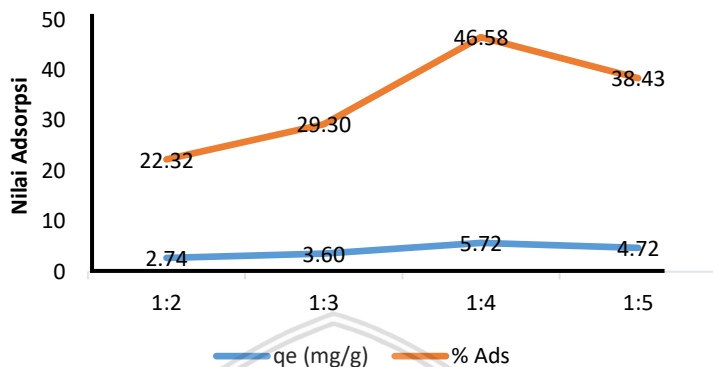
Tabel 4.1 Interpretasi spektra inframerah adsorben pada berbagai perbandingan mol $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$

$\nu \text{ (cm}^{-1}\text{)}$					Jenis Vibrasi dan Gugus Fungsi	
ZnFe_2O_4 /AC 1:2	ZnFe_2O_4 /AC 1:3	ZnFe_2O_4 /AC 1:4	ZnFe_2O_4 /AC 1:5	Literatur		
3445	3453	3493	3493	3000- 3500	Regangan [29]	O-H
1622	1622	1622	1623	1620- 1700	Regangan [29]	C=O
416,7	465,8	426,2	467,3	420	Zn-O [32]	
558,7	567,6	570	538,7	569	Fe-O [32]	

4.1.2 Pengaruh Perbandingan Mol Fe(III):Zn(II) terhadap Nilai Adsorpsi Parasetamol

Pada penelitian ini dipelajari pengaruh perbandingan mol Fe(III)/Zn(II) terhadap nilai adsorpsi limbah parasetamol dengan menambahkan 0,1 g adsorben pada berbagai perbandingan mol ke dalam 25 mL larutan parasetamol 50 mg/L. Setelah itu dilakukan pengocokan dengan menggunakan *shaker* dengan kecepatan 200 rpm selama 24 jam. Larutan disaring kemudian filtratnya diambil dan dilakukan penentuan konsentrasi parasetamol yang diadsorpsi dengan metode spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 243 nm diperoleh data seperti pada **Gambar 4.2**

Komposit



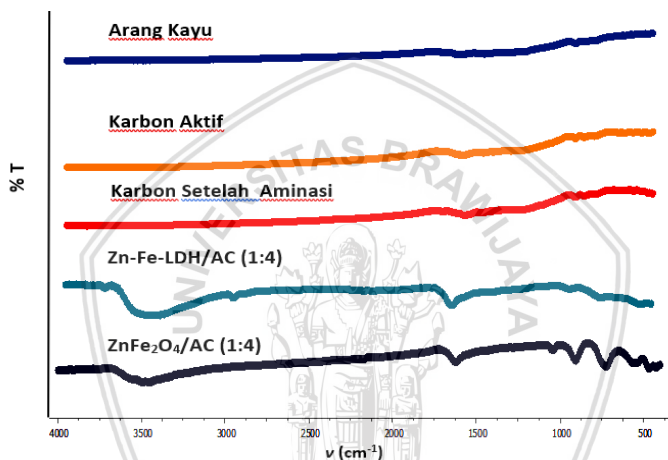
Gambar 4.2 Grafik nilai q_e dan % adsorpsi pada variasi perbandingan mol Fe(III):Zn(II).

Pada **Gambar 4.2** menunjukkan bahwa massa ion adsorbat yang diserap per gram adsorben (q_e) dan % adsorpsi terjadi peningkatan pada setiap perbandingan mol secara signifikan oleh komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ pada perbandingan mol Fe(III):Zn(II) 1:2, 1:3, dan 1:4. Hal ini didukung oleh hasil penelitian Meilia (2018) yang menjelaskan bahwa semakin meningkatnya perbandingan mol Fe(III):Zn(II) akan meningkatkan jumlah adsorbat yang teradsorpsi. Hal ini disebabkan oleh peningkatan asam Lewis seperti kation Zn (II) dalam komposit yang meningkatkan afinitas komposit terhadap struktur basa Lewis parasetamol seperti atom O pada gugus -OH dan C=O [34]. Pada perbandingan mol Fe(III):Zn(II) 1:5 terjadi penurunan bahwa massa ion adsorbat yang diserap per gram adsorben (q_e) dan % adsorpsi. Hal ini dikarenakan Fe(III) telah seluruhnya berikatan dengan Zn(II) membentuk komposit, sehingga terbentuk ZnO .

4.2 Pengaruh Berbagai Perlakuan Arang Kayu terhadap Gugus Fungsi dan Nilai Adsorpsi Parasetamol

4.2.1 Pengaruh Berbagai Perlakuan Arang Kayu terhadap Gugus Fungsi

FTIR digunakan untuk mengidentifikasi pengaruh berbagai perlakuan arang kayu terhadap gugus fungsi adsorben. Selain itu juga untuk mengetahui perubahan pergeseran bilangan gelombang atau perubahan ketajaman pita yang disebabkan pengaruh berbagai perlakuan arang kayu.



Gambar 4.3 Spektra Inframerah Adsorben pada Berbagai Perlakuan

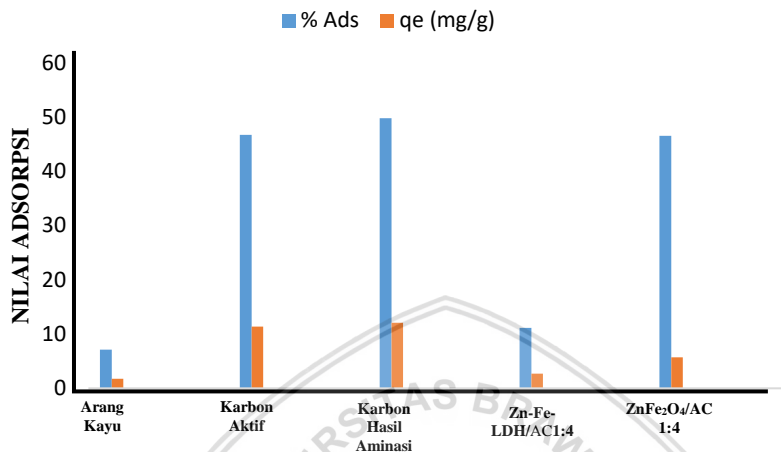
Pada **Gambar 4.3** menunjukkan spektra inframerah adsorben pada berbagai perlakuan. Terjadi perbedaan gugus fungsi antara arang kayu dan karbon aktif yaitu adanya regangan C-O yang terjadi pada bilangan gelombang 1383 cm^{-1} . Pada karbon aktif setelah dilakukan aminasi muncul serapan pada bilangan gelombang 1555 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus fungsi N-H. Pada komposit Zn-Fe-LDH/AC adanya serapan Zn-O pada bilangan gelombang $465,1\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan pada komposit ZnFe₂O₄/AC adanya serapan Zn-O pada bilangan gelombang $426,2\text{ cm}^{-1}$ dan Fe-O pada bilangan gelombang 570 cm^{-1} . Terjadi penurunan intensitas pada gugus fungsi O-H pada ZnFe₂O₄/AC jika dibandingkan dengan Zn-Fe-LDH/AC dikarenakan

adanya pembebasan molekul air yang disebabkan perlakuan kalsinasi dengan temperatur tinggi terhadap LDH.

Tabel 4.2 Interpretasi spektra inframerah adsorben pada berbagai perlakuan

ν (cm ⁻¹)						Jenis Vibrasi dan Gugus Fungsi
Arang Kayu	Karbon Aktif	Karbon setelah Aminasi	Zn-Fe- LDH/AC 1:4	ZnFe ₂ O ₄ / AC 1:4	Literatur	
3457	3381	3618	3452	3493	3000-3500	Regangan O-H [29]
1697	1699	1689	1624	1622	1620-1700	Regangan C=O [29]
-	1383	1228	-	1045	1000-1400	Regangan C-O [29]
-	-	1555	-	-	1530-1560	N-H [29]
-	-	-	465,1	426,2	420	Zn-O [32]
-	-	-	-	570	569	Fe-O [32]

4.2.1 Pengaruh Berbagai Perlakuan Arang Kayu terhadap Nilai Adsorpsi Parasetamol



Gambar 4.4 Grafik nilai q_e dan % adsorpsi karbon pada berbagai perlakuan.

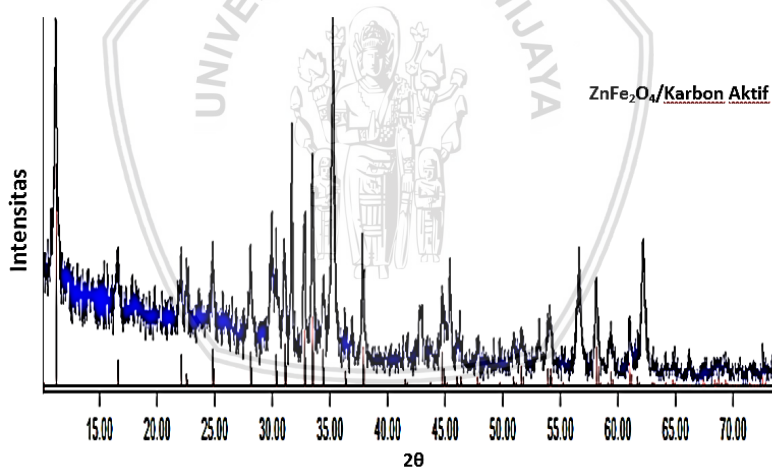
Pada **Gambar 4.4** terlihat bahwa massa ion adsorbat yang diserap per gram adsorben (q_e) dan % Adsorpsi dari karbon aktif meningkat sangat drastis jika dibandingkan dengan arang kayu. Menurut Lempang (2014) permukaan karbon aktif telah bebas dari pengotor, permukaannya luas dan pori-porinya telah terbuka, sehingga memiliki daya serap yang tinggi [14]. Oleh karena itu karbon setelah diaktivasi memiliki daya serap parasetamol yang lebih besar dibandingkan dengan arang kayu. Massa ion adsorbat yang diserap per gram adsorben (q_e) dan % Adsorpsi karbon hasil aminasi juga meningkat. Menurut Yang, *et al* (2016) mengungkapkan bahwa penambahan ammonia dapat mengurangi gugus fungsi yang mengandung oksigen dan penambahan gugus fungsi yang mengandung nitrogen berkontribusi pada peningkatan jumlah adsorpsi [18].

Massa ion adsorbat yang diserap per gram adsorben (q_e) dan % Adsorpsi Zn-Fe-LDH/AC mengalami penurunan dari karbon hasil aminasi dan karbon aktif. Hal ini disebabkan karena adanya penambahan garam klorida Fe dan Zn pada proses pembuatan LDH

sehingga terdapat anion-anion yang berada di layernya seperti Cl^- , OH^- dan molekul H_2O . Peningkatan kembali adsorpsi parasetamol terjadi pada komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$, hal ini dikarenakan terjadinya pembentukan fasa oksida karena pengaruh kalsinasi pada temperatur tinggi sehingga memberikan ruang kosong pada interlayer [33], mengakibatkan ion-ion lain dapat masuk ke ruang kosong pada interlayer. Massa ion adsorbat yang diserap per gram adsorben (q_e) dan % adsorpsi tertinggi terjadi pada adsorben karbon hasil aminasi yaitu sebesar 12,11 (mg/g) dan 49,8 % jika dibandingkan dengan adsorben lainnya.

4.3 Karakterisasi menggunakan XRD

Analisis menggunakan XRD bertujuan untuk mengidentifikasi struktur kristal yang terbentuk pada komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$. **Gambar 4.5** merupakan spectra XRD dari $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ perbandingan mol Fe(III):Zn(II) 1:4



Gambar 4.5 Spektra XRD komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$

Karakterisasi menggunakan XRD memperlihatkan bahwa pada komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ yang telah disintesis memiliki struktur kubik spinel. Pada komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{Karbon Aktif}$ hasil sintesis dapat diamati bahwa puncak – puncaknya memiliki puncak yang sama

dengan komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ pada literatur. Difraktogram komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ menunjukkan bahwa fasa ZnO lebih dominan jika dibandingkan dengan Fe_2O_3 . Hal ini dikarenakan komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ memiliki perbandingan mol $\text{Fe(III)}:\text{Zn(II)}$ 1:4 sehingga adanya Zn^{2+} berlebih yang membentuk Zn dalam bentuk oksida.

Tabel 4.3 Interpretasi spektra XRD komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$

$\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ Hasil Sintesis		$\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ Literatur [34]		ZnO/AC [34]		$\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{AC}$ [34]	
d[Å]	I _R (%)	d[Å]	I _R (%)	d[Å]	I _R (%)	d[Å]	I _R (%)
7,84	82,21	7,93	100,0	7,97	100,0	-	-
4,02	16,95	3,96	23,32	4,00	27,00	-	-
3,58	21,84	3,58	15,97	3,59	32,59	-	-
2,82	74,19	2,82	94,01	-	-	2,82	100,0
2,72	39,99	2,72	43,47	2,73	65,19	-	-
2,54	100,0	2,67	69,44	2,68	79,31	-	-
1,99	26,22	1,99	61,91	-	-	1,99	61,91
1,78	5,26	1,78	10,29	1,78	8,39	-	-
1,62	27,69	1,63	12,10	-	-	1,63	17,18
1,58	26,07	1,58	26,96	1,58	33,11	-	-

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Nilai q_e dan % adsorpsi parasetamol pada komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ tertinggi diperoleh perbandingan mol $\text{Fe(III)}:\text{Zn(II)}$ 1:4 yaitu 5,72 mg/g dan 46,58%.
2. Adsorpsi parasetamol lebih efektif dengan menggunakan adsorben karbon hasil aminasi karena memiliki nilai q_e dan % adsorpsi parasetamol tertinggi jika dibandingkan dengan adsorben lainnya yaitu 12,11 mg/g dan 49,80%.
3. Komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ yang telah disintesis memiliki struktur kubik spinel dan fasa ZnO lebih mendominasi dibandingkan Fe_2O_3 .

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu dilakukan variasi molar ammonia pada proses aminasi karbon aktif tanpa penambahan logam, sehingga dapat diaplikasikan sebagai adsorben parasetamol dengan baik.

repository.ub.ac.id

**Sintesis Komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dari Arang Kayu Hasil Aminasi
dengan NH_3 untuk Adsorpsi Limbah Parasetamol**

SKRIPSI

Oleh :

INDRIANI DWI RAHAYU
145090207111008



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2018

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

repository.ub.ac.id

**Sintesis Komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dari Arang Kayu Hasil Aminasi
dengan NH_3 untuk Adsorpsi Limbah Parasetamol**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana sains dalam bidang Kimia

Oleh :

INDRIANI DWI RAHAYU
145090207111008



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2018

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Sintesis Komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dari Arang Kayu Hasil Aminasi dengan NH_3 untuk Adsorpsi Limbah Parasetamol

Oleh :

INDRIANI DWI RAHAYU
145090207111008

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji pada
tanggal.....
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh
gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia

Pembimbing 1

Pembimbing 2

Dr. Tutik Setianingsih, M.Si
NIP. 196912221994022001

Siti Mutrofin, S.Si., M.Sc
NIP 197009171994032002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D
NIP. 197310202002121001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Indriani Dwi Rahayu
NIM : 145090207111008
Jurusan : Kimia
Penulis Skripsi Berjudul :

Sintesis Komposit ZnFe_2O_4 / AC dari Arang Kayu Hasil Aminasi dengan NH_3 untuk Adsorpsi Parasetamol

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang tercantum di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Juli 2018
Yang menyatakan

Indriani Dwi Rahayu
145090207111008

Sintesis Komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dari Arang Kayu Hasil Aminasi dengan NH_3 untuk Adsorpsi Limbah Parasetamol

ABSTRAK

Arang dapat diproduksi dari pirolisis biomassa, diantaranya dari kayu. Arang dapat digunakan sebagai adsorben yang dapat ditingkatkan melalui fungsionalisasi (aktivasi, aminasi dan modifikasi). Pada penelitian ini, telah dilakukan sintesis komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dari arang kayu untuk aplikasi pengolahan limbah parasetamol. Parasetamol merupakan salah satu contoh jenis limbah organik diperairan, terutama terkait dengan industri farmasi yang dapat menimbulkan kerusakan hati. Tujuan penelitian ini adalah mengkaji pengaruh perbandingan mol $\text{Fe(III)}/\text{Zn(II)}$ terhadap sifat kimia komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dan adsorpsi parasetamol oleh komposit. Pada prosesnya, arang kayu dari pasaran (30 – 60 mesh) diaktivasi dengan larutan KOH 4M pada temperatur 500°C , diaminasi dengan larutan NH_3 20% pada temperature 80°C , dan dimodifikasi dengan Zn-Fe-LDH pada perbandingan mol $\text{Fe(III)}/\text{Zn(II)}$ 1:2, 1:3, 1:4, dan 1:5 dengan metode kopresipitasi dan dikalsinasi pada temperature 950°C sehingga terbentuk komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$. Karakterisasi produk dilakukan secara spektrofotometri FTIR. Uji adsorpsi parasetamol dilakukan dengan menggunakan larutan parasetamol 50 ppm, komposit 0.1 g, dengan pengadukan 200 rpm selama 24 jam. Analisis konsentrasi parasetamol dilakukan secara spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 243 nm. Hasil karakterisasi dengan spektrofotometri FTIR mengindikasikan peningkatan jumlah gugus fungsi M-O (M= logam) pada komposit sejalan dengan peningkatan perbandingan mol $\text{Fe(III)}/\text{Zn(II)}$. Hasil uji adsorpsi menunjukkan bahwa adsorpsi tertinggi terjadi pada perbandingan mol $\text{Fe(III)}/\text{Zn(II)}$ 1:4 dengan nilai adsorpsi sebesar $46.58 \pm 1.31 \%$ ($5.72 \pm 0.16 \text{ mg/g}$).

Kata kunci: arang kayu, komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$, parasetamol, fungsionalisasi, adsorpsi

Synthesis of $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ Composites from Charcoal of Amination with NH_3 for Paracetamol Waste Adsorption

ABSTRACT

Wood charcoal can be produced from biomass pyrolysis, one of from wood. Wood charcoal can be used as an adsorbent that can be improved through functionalization (activation, amination and modification). In this research, $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ composite was synthesized from wood charcoal for paracetamol waste treatment application. Paracetamol is one example of the type of organic waste in the water, especially related to the pharmaceutical industry that can cause liver damage. This research is to study the effect of mole ratio of Fe(III)/Zn(II) on chemical composition of $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ composite and paracetamol adsorption by composite. In this process, the wood charcoal from the market (30-60 mesh) was activated with 4M KOH solution at 500 °C, aminated with 20% NH_3 solution at 80 °C, and modified with Zn-Fe-LDH at the Fe mole ratio(III)/Zn(II) 1: 2, 1: 3, 1: 4, and 1: 5 with coprecipitation method and calcined at 950 °C to form $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ composite. The products was characterized by FTIR spectrophotometry. Paracetamol adsorption was examined using 50 ppm paracetamol solution, 0.1 g composite, and stirring 200 rpm for 24 hours. Analysis of paracetamol concentrations was performed by UV-Vis spectrophotometry at 243 nm wavelength. The results of characterization by FTIR spectrophotometry indicate an increase in the number M-O (M = metal) functional groups in the composites in line with an increase in Fe(III)/Zn(II) mole ratio. The results of adsorption test showed that the highest adsorption occurred in the mole ratio of Fe(III)/Zn(II) 1: 4 with the adsorption value of $46.58 \pm 1.31\%$ (5.72 ± 0.16 mg / g).

Key words: wood charcoal, $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ composite, paracetamol, functionalization, adsorption

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas limpahan rahmat, taufiq, serta hidayah-Nya sehingga skripsi yang berjudul **Sintesis Komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dari Arang Kayu Hasil Aminasi dengan NH_3 untuk Adsorpsi Limbah Parasetamol** dapat tersusun dan terselesaikan dengan baik. Penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah membantu penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Ucapan terimakasih ditujukan kepada:

1. Dr. Tutik Setianingsih, M.Si selaku Pembimbing I dan Siti Mutrofin, S.Si., M.Sc selaku Pembimbing II yang telah membimbing, memberikan pengetahuan, dukungan dan masukan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
2. Darjito, S.Si., M.Si selaku penasehat akademik yang telah memberikan semangat, dukungan dan masukan.
3. Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia beserta segenap Staf Pengajar dan Karyawan Jurusan Kimia.
4. Kedua orang tua penulis serta segenap keluarga besar atas segala dukungan dan do'a yang diberikan dalam menyelesaikan skripsi ini.
5. Teman satu Laboratorium Anorganik, teman – teman Kimia 2014 dan Husnut Thoriq Alfath atas semua bantuan, dukungan dan motivasi sehingga skripsi ini dapat diselesaikan.
6. Sahabat – sahabat terdekat Nadia Irma F, Tri Vany Lestary D, Domas Indri L, Nadiyah Zuhroh, Tomi Setiawan, Teguh Andi dan Rizky Widdie yang selalu mendukung, membantu, memberikan semangat dan kekeluargaan baik sebelum, selama dan setelah penelitian.
7. Dianisari Sofia R dan Safira Dwi P sebagai tim arang aktif yang telah banyak membantu penulis dalam menyelesaikan penelitian dan penyusunan skripsi.
8. Ikatan Mahasiswa Keluarga Cirebon yang telah mengenalkan keluarga baru di Malang dan memberikan semangat serta motivasi selama masa studi penulis hingga saat ini.
9. Seluruh pihak dan instansi yang membantu terselesaikannya penelitian dan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penulisan, mohon maaf apabila terdapat kesalahan, semoga skripsi ini

dapat memberi manfaat dan pengetahuan yang dibutuhkan oleh pembaca

.Malang, Juli 2018

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	8
DAFTAR GAMBAR	10
DAFTAR TABEL	11
DAFTAR LAMPIRAN	12
DAFTAR ISTILAH DAN LAMBANG	13
BAB I PENDAHULUAN.....	Error! Bookmark not defined.
1.1 Latar Belakang.....	Error! Bookmark not defined.
1.2 Perumusan Masalah	Error! Bookmark not defined.
1.3 Batasan Masalah	Error! Bookmark not defined.
1.4 Tujuan Penelitian	Error! Bookmark not defined.
1.5 Manfaat Penelitian	Error! Bookmark not defined.
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	Error! Bookmark not defined.
2.1 Biochar.....	Error! Bookmark not defined.
2.2 Karbon Aktif.....	Error! Bookmark not defined.
2.3 Aktivasi Karbon.....	Error! Bookmark not defined.
2.4 Fungsionalisasi Karbon Aktif	Error! Bookmark not defined.
2.5 Modifikasi Karbon Aktif dengan LDH dan LDO	Error! Bookmark not defined.
2.5.1 LDH (Layered Double Hydroxides) dan LDO (Layered Double Oxides)	Error!
Bookmark not defined.	
2.5.2 Zn-Fe-LDH dan ZnFe ₂ O ₄	Error! Bookmark not defined.
2.6 Adsorpsi.....	Error! Bookmark not defined.
2.6.1 Pengertian Adsorpsi	Error! Bookmark not defined.
2.6.2 Adsorpsi Parasetamol	Error! Bookmark not defined.
2.7 Karakterisasi Produk.....	Error! Bookmark not defined.
2.7.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	Error! Bookmark not defined.
2.7.2 Spektrofotometer <i>Fourier Transform-Infrared</i> (FT-IR)	Error! Bookmark not defined.
BAB III METODE PENELITIAN	Error! Bookmark not defined.
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	Error! Bookmark not defined.
3.2 Alat dan Bahan Penelitian.....	Error! Bookmark not defined.
3.3 Tahapan Penelitian.....	Error! Bookmark not defined.
3.4 Prosedur Kerja	Error! Bookmark not defined.
3.4.1 Preparasi Prekursor (Arang Kayu)	Error! Bookmark not defined.
3.4.2 Aktivasi Arang Kayu dengan KOH	Error! Bookmark not defined.
3.4.3 Fungsionalisasi Karbon Aktif dengan Aminasi	Error! Bookmark not defined.
3.4.4 Pembuatan Komposit Zn-Fe-LDH/AC	Error! Bookmark not defined.
3.4.5 Pembuatan Komposit ZnFe ₂ O ₄ /AC	Error! Bookmark not defined.
3.4.6 Karakterisasi Produk.....	Error! Bookmark not defined.
3.4.7 Uji Adsorpsi Parasetamol dengan Komposit ZnFe ₂ O ₄ /Karbon Aktif	Error! Bookmark not defined.
defined.	
3.4.8 Analisis Konsentrasi Parasetamol menggunakan Spektrofotometri UV-Vis	Error!
Bookmark not defined.	

3.4.9 Analisis Data.....	Error! Bookmark not defined.
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN Error! Bookmark not defined.	
4.1Pengaruh Perbandingan Mol Fe(III):Zn(II) terhadap Gugus Fungsi dan Nilai Adsorpsi Parasetamol	Error! Bookmark not defined.
4.1.1 Pengaruh Perbandingan Mol Fe(III):Zn(II) terhadap Gugus Fungsi	Error! Bookmark not defined.
4.1.2 Pengaruh Perbandingan Mol Fe(III):Zn(II) terhadap Nilai Adsorpsi Parasetamol	Error! Bookmark not defined.
4.2Pengaruh Berbagai Perlakuan Arang Kayu terhadap Gugus Fungsi dan Nilai Adsorpsi Parasetamol	Error! Bookmark not defined.
4.2.1 Pengaruh Berbagai Perlakuan Arang Kayu terhadap Gugus Fungsi	Error! Bookmark not defined.
4.2.1 Pengaruh Berbagai Perlakuan Arang Kayu terhadap Nilai Adsorpsi Parasetamol	Error! Bookmark not defined.
4.3Karakterisasi menggunakan XRD	Error! Bookmark not defined.
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN Error! Bookmark not defined.	
5.1 Kesimpulan	Error! Bookmark not defined.
5.2 Saran	Error! Bookmark not defined.
DAFTAR PUSTAKA Error! Bookmark not defined.	
LAMPIRAN Error! Bookmark not defined.	



DAFTAR GAMBAR

- Gambar 2.1** Struktur Biochar**Error! Bookmark not defined.**
- Gambar 2.2** Struktur Karbon Aktif..**Error! Bookmark not defined.**
- Gambar 2.3** Gugus Fungsi Pada Permukaan Karbon**Error! Bookmark not defined.**
- Gambar 2.4** Reaksi Fungsionalisasi Karbon dengan Amonia**Error! Bookmark not defined.**
- Gambar 2.5** Struktur *Layered Double Hydroxides* (LDH)**Error! Bookmark not defined.**
- Gambar 2.6** Transisi Elektronik.**Error! Bookmark not defined.**
- Gambar 2.7** Hasil Analisis XRD ZnFe_2O_4 (ZFO), komposit 5% $\text{CDs}/\text{ZnFe}_2\text{O}_4$ (CDs/ZFO), dan JPCDS 1-1109**Error! Bookmark not defined.**
- Gambar 2.8** Hasil Analisis FTIR ZnFe_2O_4 (ZFO) dan komposit 5% $\text{CDs}/\text{ZnFe}_2\text{O}_4$ (CDs/ZFO) **Error! Bookmark not defined.**
- Gambar 4.1** Spektra Inframerah $\text{ZnF}_2\text{O}_4/\text{AC}$ dengan berbagai perbandingan mol.**Error! Bookmark not defined.**
- Gambar 4.2** Grafik nilai q_e dan % adsorpsi pada variasi perbandingan mol $\text{Fe(III)}:\text{Zn(II)}$. **Error! Bookmark not defined.**
- Gambar 4.3** Spektra Inframerah Adsorben pada Berbagai Perlakuan**Error! Bookmark not defined.**
- Gambar 4.4** Grafik nilai q_e dan % adsorpsi karbon pada berbagai perlakuan. **Error! Bookmark not defined.**
- Gambar 4.5** Spektra XRD komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ **Error! Bookmark not defined.**
- Gambar E.1** Kurva baku parasetamol (berbagai adsorben)**Error! Bookmark not defined.**
- Gambar E.2** Kurva baku parasetamol (pada pengukuran $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$) **Error! Bookmark not defined.**

DAFTAR TABEL

- Tabel 3.1** Pola analisis uji F**Error! Bookmark not defined.**
- Tabel 4.1** Interpretasi spektra inframerah adsorben pada berbagai perbandingan mol $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ **Error! Bookmark not defined.**
- Tabel 4.2** Interpretasi spektra inframerah adsorben pada berbagai perlakuan **Error! Bookmark not defined.**
- Tabel 4.3** Interpretasi spektra XRD komposit $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ **Error! Bookmark not defined.**
- Tabel D.1** Data perhitungan parasetamol yang teradsorpsi pada berbagai adsorben **Error! Bookmark not defined.**
- Tabel D.2** Data perhitungan parasetamol yang teradsorpsi pada Zn-Fe-LDO/Karbon Aktif **Error! Bookmark not defined.**
- Tabel D.3** Uji statistik pengaruh perbandingan mol Fe(III):Zn(II) terhadap adsorpsi parasetamol **Error! Bookmark not defined.**
- Tabel D.4** Tabel analisis sidik ragam satu arah **Error! Bookmark not defined.**
- Tabel D.5** Uji Statistik adsorpsi parasetamol pada berbagai adsorben **Error! Bookmark not defined.**
- Tabel D. 6** Tabel analisis sidik ragam satu arah **Error! Bookmark not defined.**
- Tabel E.1** Data konsentrasi dan absorbansi larutan baku parasetamol (berbagai adsorben) **Error! Bookmark not defined.**
- Tabel E.2** Data konsentrasi dan absorbansi larutan parasetamol (pada pengukuran Zn-Fe-LDH dan $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$)**Error! Bookmark not defined.**

DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran A. Preparasi Larutan...Error! Bookmark not defined.
Lampiran B. Diagram Alur PenelitianError! Bookmark not defined.
Lampiran C. Diagram AlirError! Bookmark not defined.
Lampiran D. Perhitungan Data Hasil PenelitianError! Bookmark not defined.
Lampiran E. Kurva Baku ParasetamolError! Bookmark not defined.
Lampiran F. Data Karakterisasi ..Error! Bookmark not defined.



DAFTAR ISTILAH DAN LAMBANG**Simbol/singkatan**

%
A
FTIR
g
g/mol
mg/L
rpm
XRD

Keterangan

Persentase
Absorbansi
Fourier Transform Infrared
Gram
Gram per mol
Miligram per liter
Revolution per minute
X-Ray Diffrac



DAFTAR PUSTAKA

- [1] UNEP, 2011, **Basel Convention on The Control of Transboundary Movements of Hazardous Wastes and Their Disposal**, United Nations, Geneva.
- [2] Crisnaningtyas, F. dan H. Vistanty, 2016, **Pengolahan Limbah Cair Industri Farmasi Formulasi dengan Metode Anaerob-Aerob dan Anaerob-Koagulasi**, Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, Vol. 1, 13-22.
- [3] Safitri, V. Y., 2017, **Degradasi Senyawa Parasetamol Secara Fotolisis dengan Menggunakan Katalis C-N-Codoped TiO₂**, Universitas Andalas, Padang.
- [4] Chi, Y., W. Geng, L. Zhao, X. Yan, Q. Yuan, N. Li, X. Li, 2012, **Comprehensive Study of Mesoporous Carbon Functionalized with Carboxylate Groups and Magnetic Nanoparticles as A Promising Adsorbent**, Journal of Colloid and Interface Science 369, 366–372.
- [5] Pandey , P., V. K. Saini. 2015, **Synthesis of Low Cost Carbon Replica for Paracetamol Removal from Waste Water and Effect of Temperature on Adsorption Capacity**, Vol. 5, 017-019
- [6] Chi, Y., W. Geng, L. Zhao, X. Yan, Q. Yuan, N. Li, X. Li, 2012, **Comprehensive Study of Mesoporous Carbon Functionalized with Carboxylate Groups and Magnetic Nanoparticles as A Promising Adsorbent**, Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 369, 366-372.
- [7] Hsieh, C., H. Teng, 2000, **Liquid-phase adsorption of phenol onto activated carbons prepared with different activation levels**, Journal of Colloid Interface Science, Vol. 230, 171–175.

- [8] Zhou, L., Q. Yu, Y. Cui, F. Xie, W. Li, Y. Li, M. Chen, 2017, **Adsorption properties of activated carbon from reed with a high adsorption capacity**, Ecological Engineering Vol. 102, 443–450
- [9] Shaarani, F. W., B. H. Hameed, 2011, **Ammonia-Modified Activated Carbon for The Adsorption of 2,4-dichlorophenol**, Chemical Engineering Jurnal, Vol. 169, 180-185.
- [10] Yokout, S. M., A. E. Hakim, M. Daifullah, S. A. El-Reefy, 2015, **Pore Structure Characterization of Chemically Modified Biochar Derived From Rice Straw**, Enviromental Engineering and Management Journal, Vol. 14, 473-400.
- [11] Liu, W., H. Jiang and H. Yu, 2015, **Deverlopment of Biochar Functional Materials: Towards a Sustainable Platform Carbon Material**, ACS Publications, Vol. 115, 12251–12285.
- [12] Yin, D., X. Wang, B. Peng, C. Tan, L. Q. Ma. 2017. **Effect of biochar and Fe-biochar on Cd and As mobility and transfer in soil-rice system**, Vol. 186, 928-937
- [13] Septiani, U., I. Bella dan Syukuri, 2014, **Pembuatan dan Karakterisasi Katalis ZnO/Karbon Aktif dengan Metode *Solid State* dan Uji Aktivitas Katalitiknya Pada Degradasi Rhodamin B**, J. Ris. Kim, Vol. 7 No. 2
- [14] Lempang, M., 2014. **Pembuatan Dan Kegunaan Arang Aktif**. Vol. 11 No. 2, 65 – 80
- [15] Wulandari, F., Umiatin dan E. Budi, 2015, **Pengaruh Konsentrasi Larutan NaOH Pada Karbon Aktif Tempurung Kelapa Untuk Adsorpsi Logam Cu²⁺**, Jurnal Fisika dan Aplikasinya, Vol. 16 No. 2

- [16] Sevilla, M., R. Mokaya, 2014, **Energy storage applications of activated carbons: supercapacitors and hydrogen storage**, Energy Environ. Sci., Vol 7, 125–128
- [17] Wang, J., S. Kaskel, 2012, **KOH activation of carbon-based materials for energy storage**, J. Mater. Chem., Vol. 22, 23710–23725.
- [18] Yang, S., L. Li, T. Xiao, Y. Zhang, D. Zheng, 2016, **Promoting effect of ammonia modification on activated carbon catalyzed peroxy monosulfate oxidation**, Separation and Purification Technology, Vol. 160, 81–88
- [19] Navaee, A. and A. Salimi, 2015, **Efficient amine functionalization of graphene oxide through Bucherer reaction: An extraordinary metal-free electrocatalyst for oxygen reduction reaction**, RSC Advances.
- [20] Sudibandriyo, M., 2003, **A Generalized Ono- Kondratice Model for High Pressure on Carbon Adsorbents**, Oklahoma, Oklahoma State University.
- [21] Chen, Y., J. Yan, D. Ouyang, L. Qian, L. Han, M. Chen, 2017, **Heterogeneously catalyzed persulfate by CuMgFe layered double oxide for the degradation of phenol**, Applied Catalysis A: General, Vol. 538, 19–26
- [22] Huang, J., Z. Yang, R. Wang, Z. Zhang, Z. Feng, and X. Xie, 2015, **Zn–Al layered double oxides as high-performance anode materials for zinc-based secondary battery**, Journal of Materials Chemistry A, Vol. 3, 7429
- [23] Shi, W., F. Guo, H. Wang, C. Liu, Y. Fu, S. Yuan, H. Huang, Y. Liu and Z. Kang, 2018, **Carbon dots decorated magnetic ZnFe₂O₄ nanoparticles with enhanced adsorption capacity for the removal of dye from aqueous solution**, Applied Surface Science, Vol 433, 790–797

- [24] Hongo, T., T. Iemura, and A. Yamazaki, 2008, **Adsorption Ability for Several Harmful Anions and Thermal Behavior of Zn-Fe Layered Double Hydroxide**, *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 116, 192-197.
- [25] Ahmed , A. A. A., Z. A. Talib, M. Z. Hussein, M. H. Flaifel, and N. M. Al-Hada, 2014, **Influence of Zn/Fe Molar Ratio on Optical and Magnetic Properties of ZnO and ZnFe₂O₄ Nanocrystal as Calcined Products of Layered Double Hydroxides**. Volume 2014, Article ID 732163, 6 pages.
- [26] Worch, E., 2012, **Adsorption Technology in Water Treatment**, Institute of Water Chemistry, germany.
- [27] Menik, S., 2010, **Karakterisasi Cangkang Kerang Menggunakan XRD & X-Ray Physic Basic Unit**, *Jurnal Neutrino*, Vol.3 (1), 32-43.
- [28] Yadav, L. D. S., 2005, **Organic Spectroscopy**, Kluwer Academic Publisher, India.
- [29] Stuart, B., 2004, **Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications**, John Wiley & Sons, New York.
- [30] Mishra, G., B. Dash, S. Pandey. 2018, **Layered double hydroxides: A brief review from fundamentals to application as evolving biomaterials**, *Applied Clay Science* 153, 172–186.
- [31] Sellaoui, L., E. C. Lima, G. L. Dotto, A. B. Lamine, 2017, **Adsorption of amoxicillin and paracetamol on modified activated carbons: Equilibrium and positional entropy studies**, *Journal of Molecular Liquids*, Vol. 234, 375-381.
- [32] Wan, J., X. Jiang, H. Li and K. Chen, 2012, **Facile Synthesis of Zinc Ferrite nanoparticle as non-lanthanide T₁ MRI Contrast Agents**, *Journal of Materials Chemistry*, Vol. 22, 13500-13505.

- [33] Meilia, D., M. M. Kunur and T. Setianingsih, 2018, **Effect of Metal Cation Ratio on Chemical Properties of $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{AC}$ Composite and Adsorption of Organic Contaminant**, IOP. Conf. Series: Materials Sciences and Engineering, Vol. 299.

